Rev. CO035000

ヒスタミン分析用カラム

TSKgel Histaminepak

取扱説明書

TOSOH

東ソー株式会社

ご使用の前に

- 本製品を使用する前に，必ずこの取扱説明書をよく読んで理解してください．
- この取扱説明書は，いつも手元においてご使用ください．
- 製品本来の使用方法および取扱説明書で指定した使用方法を守ってください．
- 本書の安全に関する指示に対しては，指示内容を理解の上，必ず従ってください．

以上の指示を必ず厳守してください．
指示に従わないと，けがや事故の恐れがあります．

【取扱説明書について】

- 取扱説明書の内容は，製品の性能・機能の向上により将来予告なしに変更することがあります．
- 取扱説明書の全部または一部を無断で転載，複製することは禁止しています．
- 取扱説明書を紛失したときは，弊社営業担当者までお問い合わせください．
- 取扱説明書の内容に関しては万全を期していますが，万一不審な点や誤り，記載漏れに気づいたときは，お手数ですが巻末の連絡先までご連絡ください．

安全上のご注意

- ご使用の前に，この「安全上のご注意」をよくお読みのうえ，正しくお使いください．
- この項目は，いずれも安全に関する内容ですので，必ず守ってください．
- 「注意」の意味は次のようになっています．

⚠ 注意	取扱いを誤った場合，使用者が傷害を負う可能性が想定されるものまたは物的損害の発生が想定されるもの．

ご使用時

⚠ 注意

• 液漏れに注意を

- 溶媒等の液漏れは，感電，中毒，薬傷，火災，腐食などの原因になります．液漏れの場合は，適切な保護具を着用し，液を取り除いてください．

• 保護具の着用を

- 有機溶媒や酸などの溶離液を取扱う場合は，保護メガネ，手袋などの保護具をご使用ください．薬傷を負う恐れがあります．

• 取扱いに注意を

- 取扱いが不適切であると，カラムの性能を損なうことがあります．取扱いには十分注意してください．

• 適切な使用方法を

- 本カラムはヒスタミン分析専用カラムです．他の目的には使用できません．

• 圧力に注意を

- 急激な圧力上昇は，カラムの性能を損なう原因になります．また，カラム材質により破裂，飛散等の可能性があります．規定以上の圧力にならないように注意してください．適切な保護具を着用し，十分注意して作業をおこなってください．

• 処分には適切な処置を

- 廃棄する場合は，産業廃棄物として適切な処置をおこなってください．

目　　次

1．はじめに…… 1
2．ご使用の前に…… 1
3．カラム各部の名称…… 1
4．使用上の注意事項…… 2
5．理論段数，非対称係数の測定…… 4
6．トラブル発生時の処置法…… 5
7．品質規格および保証…… 6
8．おわりに…… 7

1. はじめに

TSKgel Histaminepakは高速イオン交換クロマトグラフィー法によるヒスタミン分析用に開発された充てんカラムです．すなわちOPA（オルトフタルアルデヒド）ポストカラム反応法による高速ヒスタミン分析に適するようにデザインされています．

TSKgel Histaminepakの性能を十分に発揮させて，効果的にご使用いただくために，ご使用の前にこの取扱説明書をよくお読みのうえ，正しくご使用くださいますようお願いいたします．特に，はじめてこのカラムをご使用くださる方は弊社発行の分析マニュアルをご参照ください．

2. ご使用の前に

まず，梱包状態およびカラムの外観に異常はないか確かめてください．

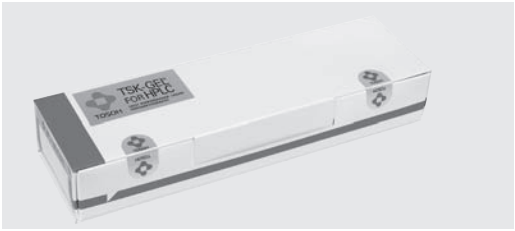

図1　梱 包 外 観 図

つぎに，カラムと別に次の品物が入っていますので，ご確認ください．

- 取扱説明書……1通
- 検査票（INSPECTION DATA）……1通

3. カラム各部の名称

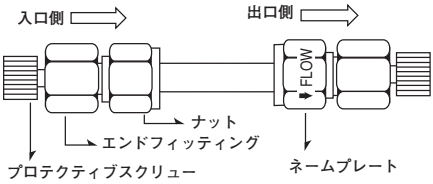

図2　カラムの見取図

4. 使用上の注意事項

4-1　使用条件

一般的使用範囲を以下に示します.

4-1-1　流速と圧力

最大使用流速：1.0 mL/min

最大カラム圧損：7 MPa

4-1-2　溶離液

pH範囲：2.0～7.5

対イオン：ナトリウムイオン

水溶性有機溶媒添加可能範囲：30 vol%以下

4-1-3　温　度

10 ℃～45 ℃の範囲でご使用ください．しかし温度が低いほど一般に溶離液の粘度が上昇することを考慮して温度が低い場合は低い流速でご使用ください.

4-2　試料溶液の調製

4-2-1　試料溶液中の不溶分

遠心分離やマイクロポアフィルタ（弊社「マイショリディスク（0.45 μm）」水系タイプなど）によるろ過精製を必ずおこなってください．肉眼では見ることはできなくとも，不溶分が存在することも多いものです．（試料は，できるだけマイクロポアフィルタでろ過されることをおすすめします.）

4-2-2　試料溶液

試料濃度が高い場合には，標準試料調製時に使用している0.05 mol/L HClで希釈をおこなってください.

4-3　装置へのセット

4-3-1　カラムの通液方向

図2に示した矢印の方向，すなわちネームプレートのFLOWの矢印のとおりに使用してください．逆方向に長時間液を流すと，カラムの性能低下をまねきます.

4-3-2　気泡の混入防止

カラム内に気泡を入れますと，チャンネリング等により性能低下を引き起こします．したがってカラム装着は，以下操作法にしたがっておこなってください．

操作法：送液ポンプ流速を0.3 mL/minに設定し，ポンプを始動したのち，溶離液の流出を確認し，カラム出口側エンドフィッティングと装置を接続し，逆方向に通液してください．入口側エンドフィッティングより液がにじみ出て，気泡が出て来ないことを確認したならば，カラムを順方向に接続し直してください．

4-3-3　脈流対策

送液ポンプは市販の高速液体クロマトグラフィー用定流量ポンプを使用しますが，一般にカラムは脈流によってカラム性能が低下する傾向があります．したがって脈動のないものをご使用ください．もし脈動のあるポンプをご使用の場合は，パルスダンパ（アキュームレータ）を接続して脈動を消去してください．

4-4　装置停止後のカラムの保管

4-4-1　再使用まで短期間の場合（1 週間未満）

カラムを装置に接続したままで結構です．カラムは水/メタノール（＝70 / 30 ）に置換し保存してください．

4-4-2　再使用まで長期間の場合

蒸留水あるいはイオン交換水で洗浄後，メタノールに置換しプロテクティブスクリューを使って完全に封をしてください．

4-4-3　保管条件

温　　度　　室温（好ましくは15 ～30 ℃）にて，できるだけ温度差の少ない場所に保管してください．

直射日光　　避けてください．

腐食性ガス　　発生しない安全な場所に保管してください．

5. 理論段数，非対称係数の測定

カラムの理論段数，非対称係数および測定条件は，検査票（INSPECTION DATA）記載の通りです．

5−1　理論段数計算法

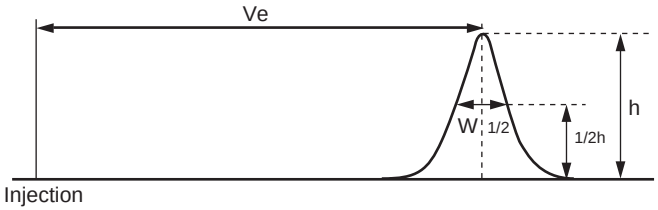

図 3　理論段数計算法

カラムの理論段数は，半値幅法により計算をおこなっており，カラム当たりの段数で表示してあります．

$N = 5.54\,(Ve/W_{1/2})^2$

Ve　：溶出量

$W_{1/2}$：ピーク半値幅

h　：ピーク高さ

N　：カラム当たりの理論段数

5−2　非対称係数計算法

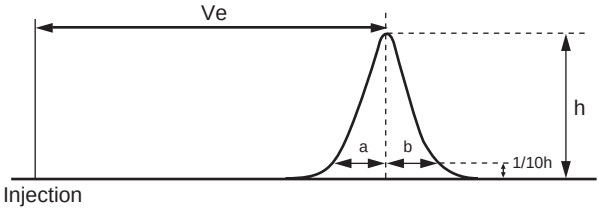

図 4　非対称係数計算法

カラムの非対称係数は，1/10 h法により計算をおこなっています．

$As = b/a$

As：非対称係数

なお，カラム検定は，（できるだけデッドボリュームを小さくした）当社HLC装置で測定しております．

5-3　デッドボリュームの影響

デッドボリュームの大きい装置を使用した場合，あるいは注入量を多くした場合は，規格値よりも低い理論段数を示すことがありますので，注意してください．

6. トラブル発生時の処置法

カラム使用中，もし下記のようなトラブルが発生した場合，以下の手順にしたがってチェックをし，適切な処置をおこなってください．処置が適切であれば，元通りに近い性能に回復することがありますが，カラムの寿命，吸着物質，気泡の混入，乾燥，凍結等が原因の場合には，元通りの性能は得られませんので，カラムの取扱いには十分な注意を払ってください．

6-1　カラムエンドフィッティングトラブル

試料を注入後に急激に流量の低下をみた場合，同一流量でカラム購入時より大きく圧損が増大した場合，あるいはエンドフィッティングのスエジロックが破損した場合，以下に述べる6-1-1～6-1-3項の処置や確認をおこなってください．

6-1-1　つまり物の押し出しまたはエンドフィッティングの交換

カラムを装置より取りはずし，出口側エンドフィッティングをポンプ側配管に接続し通常の流速で送液して，入口側エンドフィッティングにつまったものをカラム外に押し出してください．出口側エンドフィッティングがつまった場合には逆の操作をおこなってください．これでもつまったものが取れない場合，あるいはエンドフィッティングが破損した場合は，6-1-2項の手順にしたがってエンドフィッティングの交換をおこなってください．

6-1-2　エンドフィッティングの交換

新しいエンドフィッティングを用意し，つまったエンドフィッティングをカラムより取りはずします．この際，ゲルが外部に漏れないよう細心の注意を払ってください．取りはずしたエンドフィッティングに残っているゲルを，新しいエンドフィッティングに移しカラムに取りつけます．

6-1-3　エンドフィッティングの交換後

これの交換が終わりましたら，4-3-2項を参考にして，新しいエンドフィッティング側の気泡を取り除いた後，理論段数を測定し，段数の低下が起こってないか確認してください．

6−2　分離能が急激に低下した場合

反応系を除いてカラムの理論段数を測定してください．理論段数が正常であればカラム以外に原因があると思われますので，他の部分の異常を探してください．

もし理論段数に異常があれば，カラムの性能低下と考えられます．以下の処置をおこなってください．

カラム系の分離能が急激に低下する原因としては，以下6−2−1〜3項に示します．

6−2−1　エンドフィッティングに不溶物がつまり，流路に乱れを生じる場合

6−1項を参考にしてエンドフィッティングの洗浄または交換後，理論段数を測定してみてください．

6−2−2　カラム入口側のすき間

4−1項に示す範囲外の使用条件（圧力，流速，溶媒組成，温度）で使用したり4−2項に示す試料や溶離液中の不溶分への考慮をしなかった場合，カラムの液流入側にすき間が生ずる場合があります．この場合単一物質試料のピークの形が大きくテーリングしたり，ピークが2つに割れたりします．この場合はもうこのカラムは再生不能です．

6−2−3　吸着物質が蓄積した場合

カラム洗浄

ポリアミン等の影響によりピークの溶出が遅れてきた場合，塩濃度を高くした組成10％CH_3OH含有0.5 mol/Lリン酸二水素ナトリウム（pH 5.5）で洗浄をおこなってください．カラム洗浄後は，カラム購入時に同封されております検査票を参考に理論段数チェックをおこなってください．

7．品質規格および保証

7−1　検査票（INSPECTION DATA）

おのおののカラム検定結果は検査票に記載のとおりです．

7−2　出荷溶媒

10％CH_3OH含有　0.25 mol/L　リン酸二水素ナトリウム水（pH 5.5）pH調整はNaOH．

7-3　品質規格

TSKgel Histaminepakは以下の規格で出荷されております.

品　　名	品番	カラムサイズ (mmID×cm)	理論段数 (TP/column)	非対称係数
TSKgel Histaminepak	16860	4.0×6	1,000	0.8-1.8
TSK Precolumn His	16861	4.0×6	―	―

8. おわりに

本取扱説明書について，あるいは記載外のことについて質問等がありましたら，弊社担当員にご連絡ください.

以下の名称は東ソー株式会社の登録商標です.
HLC, TSK-GEL, TSKgel, TSKgel SuperMultipore,
BioAssist, Enantio, PStQuick,
エンバイロパック/Enviropak, トヨパール/TOYOPEARL, ToyoScreen,
TOYOPEARL GigaCap, トヨパールメガキャップ/TOYOPEARL MegaCap,
トヨパールパック/TOYOPEARLPAK, TOYOPAK

東ソー株式会社　バイオサイエンス事業部

東京本社　営業部　☎(03)5427-5180　〒105-8623　東京都港区芝3-8-2
大阪支店　バイオサイエンスG　☎(06)6209-1948　〒541-0043　大阪市中央区高麗橋4-4-9
名古屋支店　バイオサイエンスG　☎(052)211-5730　〒460-0003　名古屋市中区錦1-17-13
カスタマーサポートセンター　☎(0120)17-1200　〒252-1123　神奈川県綾瀬市早川2743-1

Printed in Japan